

새로운 무게센서 개발과 단결정성장(1)

장영남 · 성낙훈 · 채수천 · 배인국 · 김인종*

한국자원연구소, *은성기연(주)

Development of Frequency Weighing Sensor and Single Crystal Growth

Y.N. Jang, N.H. Sung, S.C. Chae, I.K. Bae and I.J. Kim*

Korean institute of Geology, Mining and Materials

*Silverstar System Co. LTD

요 약

새로운 방식의 결정성장용 직경 자동제어장치를 개발하였다. 이 장치는 금속선의 장력 변화를 周波數로 변환시켜 감지하는 무게센서로서 신호전달 및 전력공급 體系가 무접촉 방식이므로 노이즈가 極小化되며 따라서 안정성, 정밀성이 종래의 센서에 비해 10배 이상 增大된다. 이 장치에서 무게센서 부분은 1) 금속선, 2) 시그날을 형성하는 Sinusoidal Wave Generator, 3) 형성된 시그날의 진폭을 조정하고 안정화 시켜주는 자동 증폭조정회로, 4) 정류장치 및 신호 변환기, 5) 시그날을 관리, 제어하는 PC 보드 등으로 구성하였고, 그 외에 2개의 검증용, 무게보정용, 성장제어용 등 4개의 프로그램을 작성하였다. 이 장치는 표준편차 값이 $\pm 0.10\text{g}$ (1회/sec 측정 때), 분해능이 5×10^{-5} 이고, 최대 200 kg까지 결정을 성장시킬 수 있으며, 또한 압력조건은 진공조건부터 200 atm 이하, 온도조건은 350°C 이하에서 一貫性, 再現性 있는 작동이 가능했다. 단결정 자동직경제어에 필요한 정확도를 확보하기 위해 온도범위 100°C가 $\pm 0.025^\circ\text{C}$ 로 자동 조절되도록 '시그날 Divider'를 제작하였다. 이 무게 센서를 $\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$, $\text{Er-Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ 등의 단결정 성장에 응용하였으며 매우 양호한 결정을 성공적으로 성장시킬 수 있었다.

Abstract

A new weighing sensor for the automatic diameter control system of the crystal growth is developed in this study. This weighing sensor measures the frequency of the vibrating element which is lineally changing with respect to weight. The signal and the power of this system are transmitted without any physical contact, so that this sensor offers high accuracy and resolution. This system consists of a string, a sinusoidal wave generator, an automatic amplification adjusting circuit, signal transformers and a PCB. 4 kinds of programs are developed for checking DAC, weight calibration and controlling growth process. The measurements of the standard deviation and the resolution show $\pm 0.10\text{ g}$ (measured at every second) and 5×10^{-5} , respectively. This weighing sensor is effective under high pressure of 200 atm, high temperature and vacuum condition. The weighing system can control the temperature in the accuracy of $\pm 0.025^\circ\text{C}$ with the 'signal divider'. The optical quality single crystals of $(\text{YGd})_3\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$, $\text{Er-Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$, and $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ have been grown by Czochralski method using this auto-diameter control system.

1. 서 론

단결정 육성방법 중에서 초크랄스키법은 연구용

성장이나 산업적 생산 때 가장 일반적으로 사용되는 기술이지만 많은 장점에도 불구하고 단결정을 성장시킬 때 '과학적 요소'보다 '경험적 요소'가 더

중요하였다. 그러나 최근에 와서는 숙련된 전문가만이 조정 가능했던 부분들에 대한 과학적 접근^{1,4)}이 시도되었으며, 그 성과에 힘입어 자동화가 실용화되었다.^{1,5,6)} 이러한 이유 이외에도 성장된 결정을 실제 응용부분에 사용할 때, 외형이 규칙적이지 않아 발생하게 되는 제작 손실을 최소화하고, 또 전문가의 전체 결정육성과정 참여로 인해 야기되는 제조원가 비율의 감소를 위해 초크랄스키 육성법에 의한 성장결정의 직경을 자동으로 제어하는 기술은 국내외에서 활발히 연구되었다. 자동직경제어에 의한 단결정 육성의 장점은 일관성, 재현성이 보장되어 구조적으로 우위의 품질과 보다 균일한 불순물 분포를 기대할 수 있다는 점이다.

성장 자동화방법은 성장하는 결정의 직경을 직접적으로 제어하는 방식과 성장결정무게의 변화값을 이용하여 간접적으로 제어하는 방식으로 분류할 수 있다. 전자는 제어시의 입력자료를 얻는 방법에 따라, 용액의 meniscus로부터 나오는 복사량(스위 'bright ring')의 변화 측정법, 결정의 모양에 대한 적외선 화상 분석법, 혹은 laser beam 사용법 등으로 분류가 가능하다. 반면에 간접방식에는 도가니의 무게 변화를 측정하거나^{1,7)} 성장결정의 무게를 직접 측정하여 성장속도를 계산하는 방법,^{8,9)} 그리고 용액의 수위 하강으로부터 결정성장속도를 유추하는 용액 수위법 등이 있다.

무게측정법에 적합한 이론은 Bardsley(1972), Hurle(1993) 등이 실제 석류석류 단결정($A_3B_2C_3O_{12}$) 육성에 적용시킨 후 제안되었다. Sveshtarov 외(1991)는 이들의 이론을 평탄하지 않은 고액계면에까지 확장시켜 결정의 무게증가 속도를 구할 때 실제 결정성장분 이외에 meniscus와 표면장력에 의한 영향까지 고려하였다;

$$G = \pi g \rho_s v_r s + MW + ST$$

여기서 G는 결정의 성장속도이며 ρ_s 는 결정의 밀도, v는 선형 성장 속도(linear growth rate), g는 중력가속도, MW와 ST는 각각 meniscus와 표면장력에 의한 영향이다.

현재 단결정 육성에 가장 일반적으로 사용되는 로드셀(load cell)은 Al_2O_3+Si 인 Tensor(혹은 반도체)센서이거나 혹은 SiO_2 등의 non-linear 물질을

이용한 Piezosensor이며 성장결정의 직경을 간접적으로 제어하는 방법이다. 그러나 로드 셀을 growth chamber의 윗 부분에 장착할 때 접촉 때문에 발생하는 노이즈문제와 온도변화에 대한 민감성 문제는 피할 수 없다. 본 연구에서는 샤프트의 회전 및 인상과 독립적으로 전력공급과 시그널 송수신이 가능하며 온도변화에 안정한 '주파수 무게센서(frequency weighing sensor)'를 개발하였다. 시그널 전달 체계가 무접촉 방식이므로 노이즈가 극소화되며 따라서 안정성, 정밀성이 종래의 로드셀에 비해 월등하므로 앞으로 많은 응용이 기대된다.

2. 주파수 무게센서의 원리 및 개요

자기장 내에 금속선을 팽팽하게 유지시킨 상태에서 금속선의 위치나 혹은 길이를 미세하게 변동시키면 금속선에 전위차가 발생되며, 만일 금속선의 양단에 전기적 접촉을 가해주면 전류가 흐르게 된다. 또한 역으로 전류를 가해주면, 자장과의 물리적 상호 반응에 의해 금속선의 위치 혹은 길이 변동이 발생된다. 이때, 금속선에 발생된 전류를 적절한 방법으로 증폭시켜 주면, 주파수가 금속선에 가해진 응력의 제공근에 비례하는 주기적 진동을 얻을 수 있다. 이 주기적 진동은 금속선의 물리적 특성을 변화시키지 않는 한 기타 모든 요인에 영향을 받지 않을 것이다.

일반적으로 금속선의 기본 진동 주파수(fundamental oscillation frequency) f는 다음과 같이 표현된다.

$$f = \frac{1}{2l} \sqrt{\frac{P}{\rho s}} \quad (1)$$

여기서 P는 금속선에 가해지는 장력, l은 금속선의 길이, ρ 와 s는 금속선의 밀도 및 단면적인데, l, ρ , s는 모두 상수이므로 장력은 주파수와 비례함을 알 수 있다. 따라서 주파수를 알고 있다면 기본 진동 주파수 변화를 측정함으로써 장력을 측정할 수 있다.

목적에 따라 다른 접근방식이 가능하겠지만 모든 기하학적 및 물리적인 파라미터를 현상학적 변수(phenomenological factor)로 환산하는 것이 보다

편리하며 무게센서를 가스압력과 같은 매개변수에 대해 용이하게 보정 할 수 있다. 금속선에 가해지는 응력 혹은 장력(즉, 무게)과 주파수의 상관관계를 단결정 성장조건 하에서 금속선이 위치한 환경적 요소를 고려하여 1차 근사식으로 표현하면 다음과 같다.

$$P = P_0 + (K_1 + K_2 \times f^2) \quad (2)$$

이때, P 는 응력, P_0 는 초기응력, K_1 , K_2 는 분위기 가스압력과 금속선의 두께에 대한 상수이다.

따라서, 상기한 내용을 결정성장 조건에 적용시키면 장력이란 결국 역동적으로 변화하며 성장되는 단결정의 무게이며 이것은 양호한 결정이 성장되는 환경 하에서는 원리적으로 유일하게 주파수의 함수라는 것을 알 수있다. 기타의 모든 요인들은 상수이다. 그러나 결정성장시에는 온도, 가스의 압력이 금속선의 물리적 특성을 변화 시켜주는 요인으로 작용이 가능하므로 이러한 조건을 만족시키기 위해서는 금속선이 물리화학적으로 안정한 물질이어야 한다.

특히 금속선을 일정한 크기의 자기장 내에 설치시키면 금속선의 진동을 더 용이하게 여기(excitation) 시켜 효과적으로 증폭시킬 수 있다.

한편 금속선 끝에서의 전압 U , 자기장 세기 B , 진동진폭(oscillation's amplitude) A 와의 상호관계는 다음과 같이 표현된다.

$$U = \pi A f l B \quad (3)$$

그리고 금속선에 작용되는 힘 F 는 금속선을 통해 흐르는 전류 I 와 자기장 세기 B 의 함수로서 다음과 같다.

$$F = I l B \quad (4)$$

이때 $F \ll AP$ 이라고 가정하면, 자기장에서 금속선을 통해 진행되는 전류와 금속선의 변동(fluctuation)에 대한 주파수와와의 상호작용에 의한 영향은 무시할 수 있다.

3. 직경 자동제어장치의 구성

본 연구에서 개발된 직경자동제어 시스템은 간접

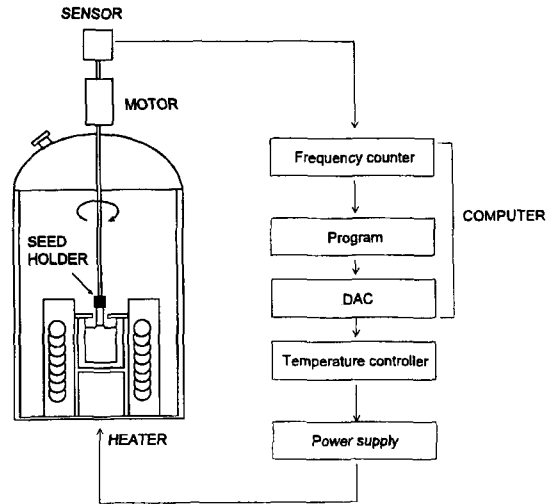


Fig. 1. Schematic diagram of crystal growth system by the auto-diameter control with Frequency Weight Sensor.

적으로 직경을 제어하는 방식으로써 '무게센서'와 무게센서에서 측정되는 신호를 관리, 제어하는 'PCB 및 프로그램'으로 대분할 수 있다(Fig. 1). '무게센서'는 주파수 제너레이터, 도가니 보호용 클러치로 세분되며 'PCB 및 프로그램'은 몇 개의 관리용 프로그램과, DAC 및 카운터로 분류된다.

3-1. 무게센서

무게센서는 Growth Chamber 위에 설치되며 1) 변화하는 무게에 따라 진동하는 금속선(String), 2) 주파수에 따라 시그널을 형성하는 Sinusoidal Wave Generator 부분, 3) 형성된 시그널의 진폭을 조정하고 안정화 시켜주는 자동 증폭조정회로(Automatic Amplification Adjustment Circuit), 4) 정류장치 및 신호 변환기(Signal Transformer) 등 4개의 주요 부분으로 구성된다(Fig. 2). 위의 4개 부분 중에서 1), 2), 3)은 종자결정 홀더(crystal holder) 및 샤프트와 함께 회전하는 부분이며, 4)는 정지된 상태에서 1)과 2)에서 형성된 시그널을 받아서 컴퓨터의 주파수 카운터로 송신한다.

전술한 바와 같이 무게변화에 따라 금속선에는 진동이 발생하고 전류가 흐르게 된다. 전류와 전압을 피드백(feedback)시키면, 금속선으로부터 발생하여 여기된 진동을 연속적으로 얻을 수 있으며

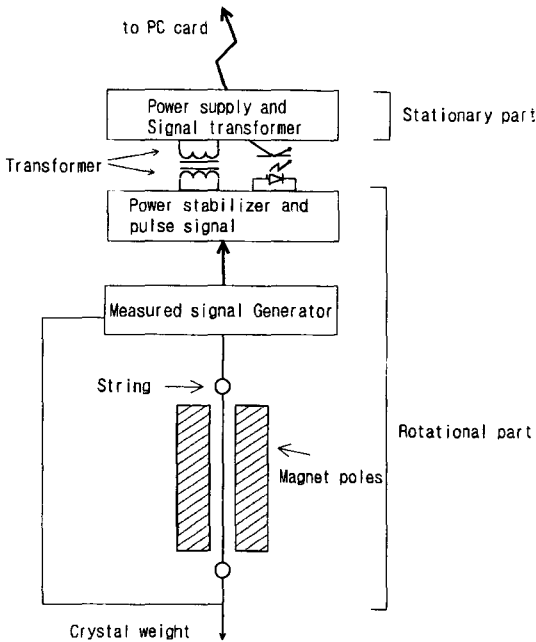


Fig. 2. Block diagram of the frequency measurement part of weight sensor.

이것을 회로로 구성하면 사인파 제너레이터(Sinusoidal Wave Generator: 이하 SWG라 함)를 제작할 수 있다. 구체적으로 SWG는 R1, R2, R3, R4 등의 저항들과 금속선(string), 증폭기(OP Amplifier)로 이루어진 'Wien bridge Oscillator'와 그리고 '자동 증폭조정회로'로 구성된다(Fig. 3). SWG에 의해 발진된 진동(oscillation)은 증폭기 U1의 'positive feedback'에 의해 안정된 상태를 유지한다. 이때 발진된 진동의 진폭은 트랜지스터 T1(Field effect

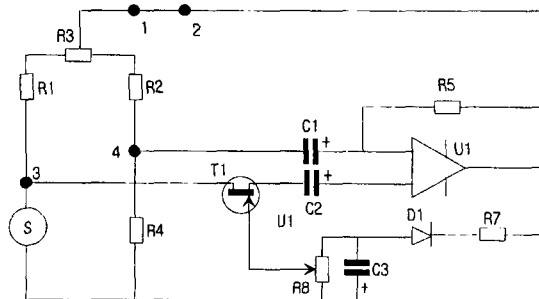


Fig. 3. Circuit diagram of Sine Wave Generator, Wien Bridge Oscillator and Automatic Amplification Circuit.

transistor)의 채널의 저항변화(0.1 V 이하) 때문에 일정하게 유지될 수 있으며, 한편 이 트랜지스터를 정류기 R7, D1, C3, R8와 연결시킴으로서 출력 신호의 진폭이 안정화된다.

금속선의 진동은 주파수 제너레이터에서 300-1000 Hz 범위의 진동으로 여기된 후 SWG에 의해 안정하고 일정한 진폭을 나타내는 사인 커브 형태의 시그날을 형성한다. 이때 사인파 "duration"의 상하부는 각각 $60 \pm 20 \mu s$ 이고 진폭은 2.4 V 이상이여야 한다. 이 시그날은 미분 회로를 통과하는 동안 펄스 시그날(Rectangular Form Pulse)로 변형된 후 트랜지스터에 입력되고 이 과정동안에 switching된 시그날이 발광 다이오드(photo-diode)에 도착된다. 발광 다이오드는 무게센서의 회전부에 위치하는데 이 시그날은 비회전부에 위치하고 있는 수광 다이오드(photo-transistor)로 무접촉 전송된다.

무게센서의 가동에 필요한 전압 DC +5 V는 컴퓨터로부터 무게센서의 비회전 부분으로 공급된다. 회전 및 비회전 트랜스퍼머(rotating & stationary transformer)를 통해 이 직류전압은 교류전압으로 전환되고 10-20 KHZ로 유기된 후 정류기 VD3에 의해 안정화 정류회로를 거쳐서 $\pm 7.5 V$ 와 +12 V를 만든다. 이 전압이 무게를 측정하는 회로로 전달된다.

회전 및 비회전 트랜스퍼머는 Fig. 4에 도식적으로 표시하였다. 트랜스퍼머는 직경 20 mm 페라이트의 내부에 동선을 감은 것으로 하나는 무게센서

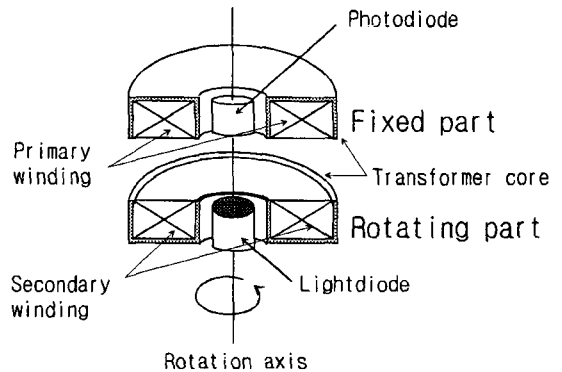


Fig. 4. Configuration of the transformers which consist of Ferrite core, diode and transistor. The lower transformer is located in rotational part. Upper part is fixed.

의 회전하는 부분에, 다른 하나는 비회전부분에 위치한다. 페라이트 중심부분에는 발광 및 수광 다이오드를 각각 위치시키며 이때 무게센서의 축과 트랜스퍼머의 중심이 동일 선상에 있어야 한다.

트랜스퍼머의 정전기 특성(electro-static characterization)은 아래와 같다.

$$P = k(f^2 - f_0^2) \quad (5)$$

여기서 P는 측정된 무게(단위: g), f는 출력신호의 주파수, f_0 는 초기무게가 P_0 (단위: g)일 때 출력신호의 주파수이다. k는 비례상수로서 단위가 g/sec^2 이며, 금속선의 직경이 0.2 mm일 때 $0.0024 \pm 5\%$ 이며 직경이 0.4 mm일 때 $0.0005 \pm 5\%$ 이다.

SWG를 설치할 때는 우선 Fig. 3에서 점 1과 2 사이의 연결을 끊고, 점 1에 전압을 가하면서 저항(resistor) R3를 조절하여, Wien Bridge R1-R2-R4-S가 서로 균형을 이루도록 해야한다. 그 후, 점 1과 2 사이를 다시 연결하고 저항 R8을 이용하면 일정한 진폭을 갖는 '사인파 진동'을 얻을 수 있다.

본 연구에서 제작된 주파수 무게센서는 원통형이며 전체 크기가 $500 \times \varnothing 105$ mm 이하이며, 금속선을 장착시킨 부분이 $350 \times \varnothing 105$ mm, 주파수 제너레이터가 위치한 두 개의 전자보드 부분이 각각 80×80 mm, 도가니 보호용 안전 클러치 부분이 $50 \times \varnothing 105$ mm로서 총 무게는 22 kg 이하이었다(Fig. 5).

센서는 금속선을 두개의 특수홀더에 묶어서 자기장 내에 수직으로 위치시킨다. 상부 홀더는 무게센서 몸체에 견고히 묶으며, 하부 홀더는 금속선의 하부 끝부분에 대한 진동을 줄이기 위해 방사상 방향으로 견고한 볼트 및 너트로 지지시킨다. centering washer 뒤에 금속선의 하부 끝부분에 '안전 클러치'를 부착하여 금속선의 파괴 및 뒤틀림을 보호할 수 있으며 유사시 용액의 급냉에 의한 도가니의 회전을 방지할 수 있다. 모든 이 구조물은 밀폐된 덮개 내에 위치하여 진공 혹은 분위기 하에서 사용되도록 설계될 수 있다.

무게를 측정하는 범위는 대상물질 및 실험 목적에 따라 5-200 kg이며, 이것은 금속선의 두께에 따라 조절된다. 0.2 mm 직경의 텅스텐 선일 경우 5 kg, 0.5 mm 직경의 경우 약 31 kg의 단결정을 육성

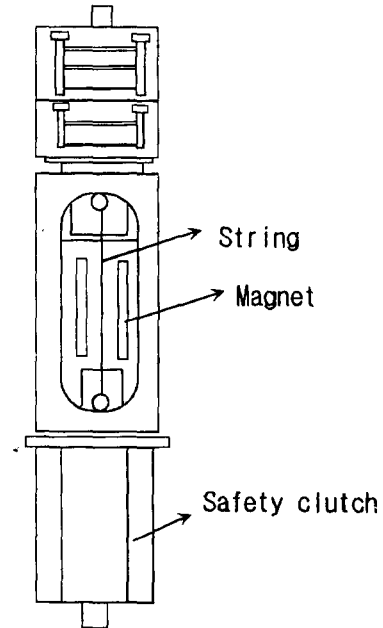


Fig. 5. Schematic diagram of mechanical part of weighing sensor.

시킬 수 있으며 최대 200 kg까지 적용할 수 있다. 금속선의 길이는 15-20 cm 정도가 주파수를 안정적으로 여기시키기 위해서 가장 적합하였다.

3-2. PCB 및 프로그램

무게센서에서 측정되는 시그널을 제어하는 '컴퓨터부분'은 1개의 컴퓨터 보드(이하 PCB로 표기), 시그널이 결정성장에 실제적으로 유효한가를 판정할 수 있는 2개의 검증 프로그램, 무게 보정프로그램(Weight Calibration Program) 및 성장제어프로그램으로 구성된다. 각 프로그램들은 모두 DOS용으로 개발되었다.

3-2-1. PCB

PC 보드에는 디지털-아날로그 변환기(Digital-Analog Converter, 이하 DAC로 표기), 디지털 입출력 포트(ports) 및 주파수 카운터(Frequency Counter)를 설치하였으며 각 부분들은 무게센서 시그널의 신뢰성을 유지하기 위해 Photo Coupler에 의해 서로 분리시켰다. DAC는 분해능이 12 비트인 마이크로 칩 아날로그 'AD562'를 사용하였으며 가동전압은 ± 15 V이다. 디지털 입출력 포트는 'Parallel Interface 8255'인 마이크로 칩을 사용하였

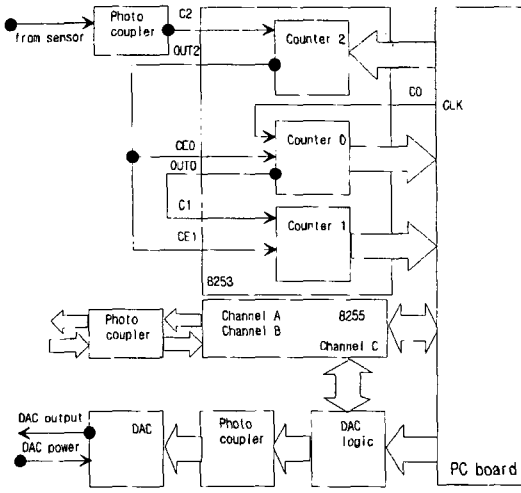


Fig. 6. Block diagram of the personal computer board.

으며 칩의 채널 A는 디지털 신호의 수신, 채널 B는 전송을, 그리고 채널 C는 DAC와 교신기능을 담당한다. 주파수 신호를 이용하므로 Tensor 및 Piezosensor와 달리 아날로그-디지털 변환기 (Analog-Digital Converter, 이하 ADC 로 표기)를 사용하지 않은 것이 특기할 점이다. PCB의 회로 구성도를 Fig. 6에 제시하였다.

주파수 카운터 '마이크로 칩 8253'은 3개의 채널을 갖는 타이머로서 무게센서로부터 수신된 주파수 신호를 측정한다. 제 0 채널 및 제 1 채널은 컴퓨터 CPU로부터 CLK 라인에 인가되는 기본 펄스 (computer basic pulse)의 수를 계측하며 제 2 채널은 무게센서로부터 송신된 신호를 미리 정해진 주기의 수로 판독하기 위해 사용된다.

금속선의 진동 주기의 변동 F는 다음 식으로 표현되며 1회측정은 1530회 진동하는 동안 측정된 진동주기의 평균이다.

$$F = \frac{\sigma(k/T^2 - W)}{n} \quad (6)$$

여기서 W는 측정된 무게, n은 측정횟수이며 T는 출력신호의 진동 주기이다.

한편, 주파수 카운터는 주파수를 다음 식으로부터 계산한다.

$$f = f_{CLK} \frac{N_2}{N_0 + 2^{16}N_1} \quad (7)$$

여기서 f는 무게센서로부터 송신된 신호, f_{CLK} 는 컴퓨터에서 제공하는 기본 주파수(computer basic pulse: 검증 프로그램에서 디폴트(default)는 3.0 MHz로 설정), $N_i(i=0, 1, 2)$ 는 각 카운터 채널들의 해독된 정보이다. 식 (7)에 의해 계산된 주파수는 식 (2)에 의해 무게의 의미로 변환된다.

제어 프로그램에서는 타이머의 제 2 채널을 제 1모드 내에 설정하여 센서신호 주기의 수를 계측, 수록하도록 하였으며 측정된 주기에 비례하는 수를 판독하는 카운터 제 0 채널과 제 1 채널은 제 3모드에 설정하였다.

3-2-2. 검증 프로그램

무게센서와 PCB의 DAC 기능을 검증하기 위해 'FL_TST'과 'DAC_TST' 등 두개의 프로그램을 파스칼 언어로 별도 작성하였다. FL_TST 프로그램은 'RT'와 'SORT' 모듈로 구성되며, 이것은 다른 프로그램을 개발하기 위해 응용될 수 있다. 'RT' 모듈 내의 파일 'RT.PAS'는 카운터로 입력되는 자료를 해독하여 실제 '주파수'의 의미로 변환시킨다. 'SORT' 모듈은 측정치의 정확도를 증가시키기 위한 필터의 일종으로서 입력된 데이터를 선별하는 기능을 갖고 있다.

전술한 바와 같이 주파수 신호는 제너레이터에서 발생하여, 증폭되고 다이오드를 통해 무접촉 전달된다. 'FL_TST' 프로그램의 주요 목적은 이 과정이 정상적으로 작동되는지 여부를 스크린에 표시하는 것으로서 이 프로그램은 측정된 주파수 신호를 무게로 계산하는 공정을 초당 한 번 수행한다. 프로그램 수행결과로는 1) 현재의 무게, 2) 일정 시간 동안 측정된 무게 값의 최대/최소치, 3) 일정 시간 동안의 무게 평균치 및 4) 일정 시간 동안 데이터를 처리한 결과인 분산값(dispersion), 즉 표준편차 값을 지시해 주도록 하였다(본 논문 제 4장 참조).

'DAC_TST' 프로그램은 디지털 신호를 아날로그 신호로의 전환을 검증하는 것으로서 그 측정결과를 전압으로 출력시킨다. 측정과정 동안에 시스템 버스(system bus) 상에서의 충돌을 피하기 위해 타이머를 인터럽트(timer interruption)하여 컴퓨터와 무게센서의 펄스를 동기화(synchronize) 시켰다. DAC 초기화를 위한 모든 필요한 작동들은 모듈의

초기 단계에서 시작되도록 하였다. DAC가 정상적으로 작동될 때는 DAC의 출력전압이 0-10.24 V 범위에서 일직선으로 나타나며, 직선의 정도가 DAC 성능의 척도가 된다.

3-2-3. 성장 제어 프로그램

성장제어 프로그램(Growth Program)은 로드셀(혹은 Piezosensor)에서 일반적으로 사용되는 직경 자동제어프로그램(auto-diameter control program)과 유사한 방법에 의해 데이터를 처리한다(Son *et al.*, 1995, Bae *et al.*, 1996).

즉 프로그램에서는 전술한 바와 같이 수신된 주파수 시그널을 현재의 무게값인 'weight'로 매초 당 산출한다. 이 'weight' 값은 성장률(Growth Rate, g/min)과 통계치인 'dispersion' 값을 산출하는데 사용되며, 성장률은 다시 직경과 성장속도(Growth Velocity; mm/hr) 그리고 의도된 성장률과의 '차이값(Difference)'을 계산한다. '차이값'이란 사용자가 의도하는 직경값을 입력하면 이에 상응하는 '기준성장률(Reference Growth Rate)'이 프로그램에서 계산되어 실제 성장률과 비교된 후 산출된다.

이 '차이'값은 PID 방식에 의해 연산되고 미리 입력된 데이터에 가감된 후 DAC 그리고 온도 조절계를 거쳐 전기로의 power supply로 보내진다. 이러한 일련의 과정이 닫힌계(closed system)를 구성하여 계속적으로 성장과정을 제어하게 된다(Fig. 7).

성장 제어 프로그램에서는 성장 매개변수(growth parameter)인 'weight' 값, 성장률, 성장속도 그리고 결정의 직경을 계산하기 위해 다음의 식 (9), (10), (11), (12) 그리고 (13)를 각각 사용하였다.

$$\text{Weight: } W = \sum_1^m b_i P_i - \sum_2^m a_i W_i \quad (9)$$

$$\text{Growth Rate: } \frac{\Delta M}{\Delta t} = \frac{6}{N(N^2-1)} \sum_1^N (P_k(2K-N-1)) \quad (10)$$

$$\text{Reference Grow Rate: } \frac{\Delta M}{\Delta t_{REF}} = \frac{\pi}{4} \frac{\rho_c \rho_m d^2 D^2 V}{\rho_m D^2 - \rho_c d^2} \quad (11)$$

$$\text{Growth Velocity: } V_c = \frac{(4\Delta M/\Delta t + \pi V D^2 \rho_m)}{\pi D^2 \rho_m} \quad (12)$$

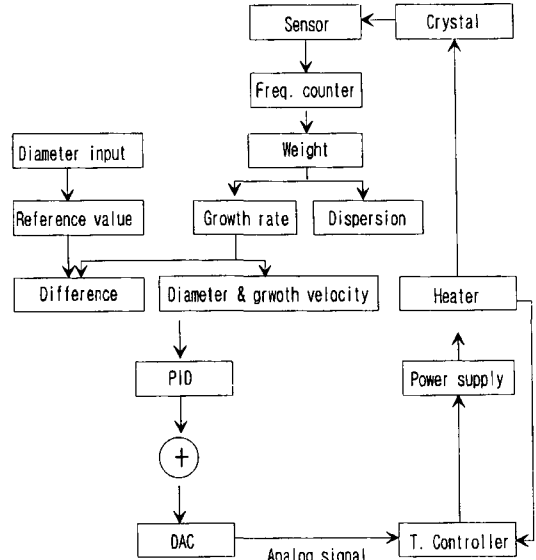


Fig. 7. Flow chart of auto-diameter control system.

$$\text{Crystal Diameter: } d = \sqrt{\frac{4\Delta M/\Delta t \rho_m D^2}{\rho_c(4\Delta M/\Delta t + \pi V \rho_m D^2)}} \quad (13)$$

위의 식 (9), (10), (11), (12) 그리고 (13)에서 정의된 성장 매개변수(growth parameter)를 계산하기 위해 사용된 약어들의 의미는 다음과 같다;

- P : Measured weight, W : Calculated weight,
- a,b : Filter coefficients m : Filter order
- N : Number of data for V : Pulling velocity
- least-square method, K : Index of summation
- d : Diameter of crystal D : Diameter of crucible
- ρ_c : Density of crystal ρ_m : Density of melt

한편, 성장 프로그램에서 현재의 무게 'weight' 값을 계산을 위해 3차 Batterword 필타를 사용했으며, 따라서 m=4이다. 또한 성장률을 계산하기 위한 데이터의 수 N은 240이고 측정값들 사이의 시간 간격은 1초이다.

결정직경을 자동조절을 위해 다음과 같은 식을 사용하였다.

$$V_i = V_{i-1} + k_p E_i + k_D \frac{\Delta E}{\Delta t} + k_i \sum_{j=0}^H E_{i-j} \quad (14)$$

k_P , k_D , k_i 는 비례(proportional), 미분

(differential) 및 적분(integral) 계수들이며 H은 적분계산에 사용된 데이터의 수로써, H=N×10이다. E_i는 의도된 성장률과 실제 성장률과의 차이이며 다음 식으로부터 계산하였다.

$$E_i = \Delta M / \Delta t_{REF} - \Delta M / \Delta t \quad (15-1)$$

$$\frac{\Delta E}{\Delta t} = \frac{6}{(n^2-1) \cdot n} \sum_{k=1}^n \{P_k(2K-n-1)\} \quad (15-2)$$

윗 식 (15-2)에서 n은 상수로서 n=N/3 이다.

4. 결과 및 고찰

본 연구에서 제작된 주파수 센서의 성능을 테스트하기 위해 검증 프로그램인 'FL_TST'를 이용하여 다음의 실험을 실시하였다. 우선 샤프트, 종결정 홀더 등을 주파수 무게센서와 함께 성장용 챔버 위에 세팅하여 성장 실험상태와 동일한 조건을 조성한 후, '무게보정프로그램(Weight Calibration Program)'을 이용하여 현재의 무게를 0(zero)화 하였다. 다음은 'FL_TST'를 실행시키고 종결정 홀더에 10, 40, 90, 200g의 표준무게 추(Standard Weight Sample)를 차례로 추가한 후 정지 및 회전상태에서 이들의 무게와 데이터의 'dispersion'들을 각각 측정하였다(Table 1). 'FL_TST' 프로그램은 여하한 종류의 버퍼기능이 없이 주파수를 직접 수신하여 무게값으로 표시해주므로 정확도의 척도로 사용할 수 있었다.

Table 1에서 'Weight'값은 각 로드들의 무게치이다. 분산값 'dispersion'은 다음의 식 (16)로 표현되는 표준편차(standard deviation) 값 σ을 의미하며 각 rpm당 50회 측정치의 평균값 를 구했다. 데이터의 정확도를 높이기 위해 표준무게추를 추가 후 매 회 측정간격을 20분으로 하여 평형에 도달하도록 하였고 측정기간은 총 3일동안 기기를 연속 작동시켰다.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{\mu})^2}{N}} \quad (16)$$

위의 식에서 X_i-μ̄는 수학적 평균값으로부터의

Table 1. Measurement of standard deviation(σ) depending on the load under the stationary and rotational condition of frequency sensor

Load	rpm	Dispersion	Weight(g)
0 g	0	0.08	0.01
	15	0.13	0.08
	30	0.13	0.03
	50	0.19	0.10
10 g	0	0.05	10.00
	15	0.11	10.76
	30	0.13	10.92
	50	0.17	10.56
40 g	0	0.11	49.99
	15	0.14	50.06
	30	0.15	50.05
	50	0.15	50.04
90 g	0	0.11	140.04
	15	0.19	140.10
	30	0.18	140.06
	50	0.16	140.04
200 g	0	0.12	340.01
	15	0.20	340.06
	30	0.09	340.08
	50	0.14	340.02

편차를, N은 측정횟수를 나타낸다.

Table 1에서 나타나듯이 회전상태에서 각 rpm 및 로드(load)별 표준편차 값은 모두 0.2g 내외로서 무게증가에 따라 표준편차가 크게 증가하지 않으므로 역동적 상태에서도 지속적으로 안정한 데이터가 산출되고 있음을 알 수 있다. 한편 회전에 따른 무게값의 변화는 정지상태에 비해 최대 0.1g 정도 증가하고 있으며 회전수 증가에 따라 규칙적인 증감이 없다. 또한 정지상태에서는 0.1g 정도의 표준편차를 보이며 회전상태에서 측정된 값보다 낮은 것은 표준편차의 값은 실제로 성장축과 무게센서의 각 부분별 축이 서로 일치하는 정도와 그리고 기계적 완성도(주로 회전 및 인상 모터로부터의 노이즈)에 의해 영향을 받는다는 것을 확인할 수 있다. 그러나 실제로 결정을 성장시키는 상황에서는 챔버 내에서의 공기의 대류, 도가니 내에서의 열 대류, 표면장력 등의 제반 영향을 고려할 때 이러한 측정치의 변동은 무시할 수 있는 값이다.

초크랄스키법에의해 직경자동제어방식으로 단결정을 성장시킬 때 일반적인 무게센서, 즉 로드셀의

분해능과는 무관하게 ADC의 분해능(10^{-4} - 10^{-5} 정도) 때문에 직경이 증가해도 정확도가 개선되지 않는다. 또한 전력공급이나 시그날의 송수신을 위한 접촉(brush slip connector)에 의해 노이즈 및 전위차가 발생하므로, 로드셀 자체의 정확도 및 안정성은 직경자동제어시스템의 그것과 별개의 문제이다. 또한 사용온도 및 압력조건도 크게 제한되어 있다. 그러나 직경 1-2 mm의 결정성장 혹은 'seeding' 때의 성장률은 대개의 경우(용액의 밀도가 10 g/cm^3 이하일 때) 0.01 g/min 이하이므로 양질의 결정 성장을 위해서 무게센서의 분해능은 소수점아래 2자리가 유효숫자가 되도록 충분히 민감해야하며 전과정동안 성장률의 편차가 5% 이하이어야 한다.

본 연구에서 개발한 주파수 무게센서는 무접촉 전달방식으로서 로드셀 자체의 정확도 및 안정성은 직경자동제어시스템의 그것과 동일하다. 위에서 언급되었듯이 샤프트 회전시에도 최대 $\pm 0.15 \text{ g}$ 의 정확도를 보이며 분해능이 5×10^{-5} 이고 ADC를 사용하지 않으므로 직경이 증가하면 정확도가 더욱 증가한다. 또한 주파수 무게센서의 자체 편차는 단지 '금속선의 안전성'에 좌우되므로 정지된 상태에서의 표준편차 값인 0.1 g/day 이내이다. 따라서 비교적 균질한 레이저 호스트용 단결정을 육성할 수 있고 또한 온도 습도 및 압력의 영향을 받지 않으므로 GaAs 혹은 GaN 등의 고압용 단결정을 성장시키는데 사용될 수 있다.

무게센서, PCB, 그리고 프로그램을 실제로 단결정 성장에 적용하기 위해서는 PCB의 DAC 출력이 온도조절기를 제어하도록 하여야 한다. 이 때 양질의 단결정을 육성하기 위해서는 온도를 ± 0.2 - $\pm 0.02^\circ\text{C}$ 범위에서 조절가능해야 한다. 본 연구에서는 'remote mode'를 위해 '아날로그 교신방식(Analog Communication)'을 채택하였다. 전술한 바와 같이 PCB의 DAC는 12비트이고 최대 10 V 를 출력하며 이 출력전압을 결정화 온도로부터 물질의 용융온도까지 상용시킴으로써, DAC의 출력전압의 일부가 한정된 온도범위 내에서 온도 조절계를 적절히 조절하여야 한다.

단결정을 자동 직경 제어 방식에 의해 성장시킬 때의 사용온도 범위는 목표 단결정의 물리적, 화학적 특성 그리고 목표 직경 및 길이에 따라 다소의

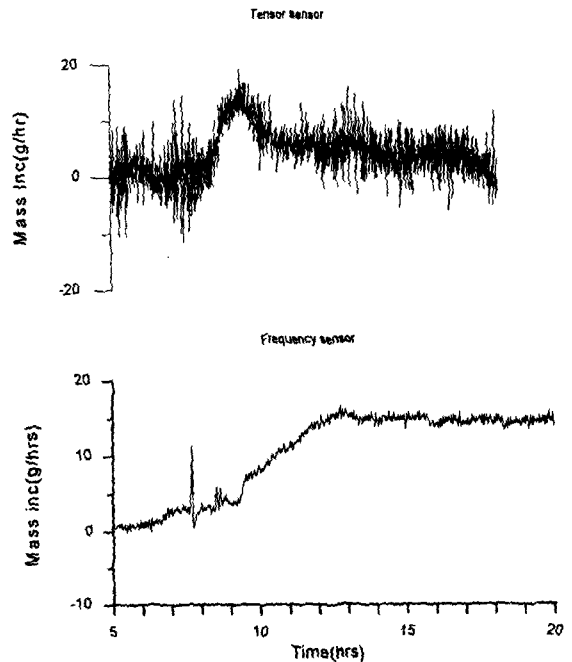


Fig. 8. Comparison of the output weight signals of the frequency and tensor weighing sensor after crystal growth process.

차이가 있겠으나 최대 $\pm 30^\circ\text{C}$, 최소 $\pm 3^\circ\text{C}$ 일 것이다. 따라서 본 연구에서는 저항 2개를 사용하여 온도범위 100°C 가 자동 조절되도록 '시그날 Divider'를 제작하였으며 이 '시그날 divider'에 의해 온도조절이 0.025°C 로 세분되도록 하여 단결정 성장에 필요한 정확도를 확보할 수 있었다.

이 무게 센서를 $\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$, $\text{Er-Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ (BGO) 등의 단결정 성장에 응용하였으며 매우 양호한 결정을 성공적으로 성장시킬 수 있었다. 주파수 센서와 반도체 센서의 성능을 비교하기 위해 센서 이외의 모든 실험적 조건은 동일하게 유지시킴 상태에서, BGO 단결정을 2개의 센서를 번갈아 사용하여 성장 시켰다. Fig. 8에서 나타난 바와 같이 결정 성장률(Growth Rate, g/hr)의 변동(fluctuation)은 반도체 센서의 경우, ± 6 - 10 g/hr 에 해당하므로 매우 불안정하며 주파수 센서는 ± 0.1 - 0.2 g/hr 으로서 매우 안정적으로 성장에 대한 정보가 공급됨을 알 수 있었다. 단결정 성장에 대한 자세한 연구결과는 본 논문의 속편에서 소개하고자 한다.

謝 辭

본 연구는 과학기술처에서 시행된 특정연구사업의 일환으로 수행되었다.

참고문헌

- 1) Zinnen, A. E., Nevis, B. E. and Brandle, C. D., *J. Crystal Growth*, **19**, 187-192 (1973).
- 2) Seveshtarov, P. and Gospodinov, M., *J. Crystal Growth*, **113**, 186-208 (1991).
- 3) Seveshtarov, P. and Gospodinov, M., *J. Crystal Growth*, **118**, 439-451 (1992).
- 4) Hurle, D. T. J., *J. Crystal Growth*, **128**, 15-25 (1993).
- 5) Bardsley, W., Green, G. W., Holliday, C. H. and Hurle, D. T. J., *J. Crystal Growth*, **16**, 277 (1972).
- 6) Foldvari, I., Rakasanyi, K., Voszka, R., Hartmann, E. and Peter, A., *J. Crystal Growth*, **52**, 561-565 (1981).
- 7) Valentino, A. J. and Brandle, C. D., *J. Crystal Growth*, **26**, 1-5 (1974).
- 8) Son, W., Jang, Y. N., Bae, I. K., Chae, S. C. and Moon, H. S., *Korean J. Crystallography*, **6**(2), 141-157, (1995). (in Korean).
- 9) Bae, S. I., Lee, S. H. and Kim, H. T., *Korean J. Crystallography*, **7**(1), 1-7, (1996). (in Korean).